

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-162102  
 (43)Date of publication of application : 16.06.2000

(51)Int.CI.

G01N 1/28  
H01J 37/20  
H01J 37/31

(21)Application number : 10-333681

(71)Applicant : HITACHI LTD

(22)Date of filing : 25.11.1998

(72)Inventor : UMEMURA KAORU  
KOIKE HIDEKI  
TOMIMATSU SATOSHI

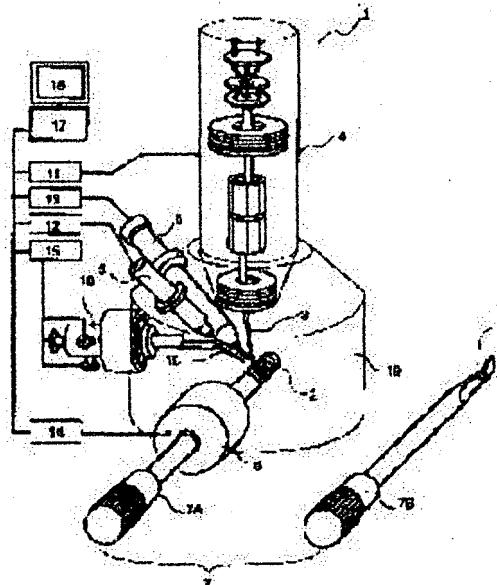
## (54) SAMPLE PREPARING DEVICE AND SAMPLE PREPARING METHOD

## (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To perform the preparation of a sample within one device and to facilitate and simplify each work of preparation, analysis, observation and measurement by using an ion beam and a transfer means to transfer a required extracted sample extracted in a first sample stage to the sample holder of a second sample stage.

**SOLUTION:** According to this sample producing device 1, a minute sample of an optional position can be extracted from a sample piece 2 cut into about several mm<sup>2</sup> within the device 1 and fixed to a sample holder 9 adaptable to an analyzing device, so that the working into a sample suitable to a desired analysis can be easily realized. Accordingly, conventional manual works concerning the sample production requiring much skill and time up to the analysis or observation and measurement can be entirely eliminated except placing the sample piece 2 on the sample setting surface, an operator does not need to directly touch the sample or perform a nervous work such as replacement of a mesh, and the mounting and exchange of the sample holder 9 are sufficient.

According to this sample producing device 1, the shortening of time and the release from the mental compression in sample production can be attained.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 26.11.2002

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2000-162102

(P2000-162102A)

(43)公開日 平成12年6月16日 (2000.6.16)

W984

(51)Int.Cl.  
G 0 1 N 1/28  
H 0 1 J 37/20  
37/31

識別記号

F I  
G 0 1 N 1/28  
H 0 1 J 37/20  
37/31

テマコト(参考)  
F 5 C 0 0 1  
A

審査請求 未請求 請求項の数16 OL (全 14 頁)

(21)出願番号 特願平10-333681

(22)出願日 平成10年11月25日 (1998.11.25)

(71)出願人 000005108

株式会社日立製作所  
東京都千代田区神田駿河台四丁目6番地

(72)発明者 梅村 錠

東京都国分寺市東恋ヶ窪一丁目280番地  
株式会社日立製作所中央研究所内

(72)発明者 小池 英巳

茨城県ひたちなか市市毛882番地 株式会  
社日立製作所計測器事業部内

(74)代理人 100068504

弁理士 小川 勝男

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 試料作製装置および試料作製方法

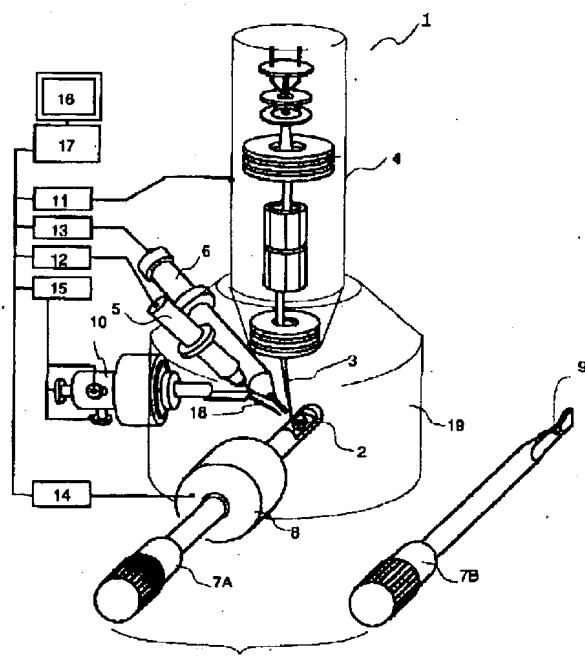
(57)【要約】

【課題】 試料作製から観察までの作業が簡便で、試料作製が一つの装置内ででき、作製試料の分析装置への受け渡しが容易な試料作製装置を提供すること。

【解決手段】 少なくとも、イオンビームの照射光学系と、上記イオンビームの照射によって試料片から発生する二次粒子を検出する二次粒子検出手段と、上記試料片を載置し、分析試料を固定する試料ホルダを載置するサイドエントリ型の試料ステージと、上記試料片の一部を分離した摘出試料を試料ホルダに移し変える移送手段とで試料作製装置を構成する。

【効果】 試料作製から観察までの作業が簡便で、試料作製が一つの装置内ででき、作製試料の分析装置への受け渡しが容易になり、試料破損の可能性を減少できる。

図1



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】イオンビームの照射光学系と、上記イオンビームの照射によって発生する二次粒子を検出する二次粒子検出手段と、試料片の一部を分離した摘出試料を試料ホルダに移し変える移送手段と、サイドエントリ型試料ステージを搭載して微動させる試料ステージ微動手段を少なくとも有し、さらに、上記サイドエントリ型試料ステージが上記試料片を載置する第1試料ステージ、および、上記摘出試料を載置する試料ホルダを着脱できる第2試料ステージであることを特徴とする試料作製装置。

【請求項2】イオンビームの照射光学系と、上記イオンビームの照射によって発生する二次粒子を検出する二次粒子検出手段と、上記イオンビームの照射領域にデポジション膜を形成する原料ガスを供給するデポジション用ガス供給源と、試料片の一部を分離した摘出試料を試料ホルダに移し変える移送手段と、サイドエントリ型試料ステージを搭載して微動させる試料ステージ微動手段を少なくとも有し、さらに、上記サイドエントリ型試料ステージが上記試料片を載置する第1試料ステージ、および、上記摘出試料を載置する試料ホルダを着脱できる第2試料ステージであることを特徴とする試料作製装置。

【請求項3】請求項1、請求項2記載の試料作製装置において、上記イオンビームが集束イオンビームもしくは投射イオンビームのうちの少なくともいずれかであることを特徴とする試料作製装置。

【請求項4】請求項1、請求項2記載の試料作製装置において、上記第1試料ステージは上記試料片を載置する試料設置部が上記第1試料ステージ軸に垂直な軸を中心に回転できる回転機構を有することを特徴とする試料作製装置。

【請求項5】請求項1、請求項2記載の試料作製装置において、上記第2試料ステージは集束イオンビーム装置、投射イオンビーム装置、透過型電子顕微鏡、走査型電子顕微鏡、走査プローブ顕微鏡、オージェ電子分光分析装置、電子プローブX線微小分析装置、電子エネルギー欠損分析装置、二次イオン質量分析装置、二次中性粒子イオン化質量分析装置、X線光電子分光分析装置、または、プローブを用いた電気計測装置のうちのいずれかに装填できる試料ステージであることを特徴とする試料作製装置。

【請求項6】請求項1、請求項2記載の試料作製装置において、上記第2試料ステージは集束イオンビーム装置、投射イオンビーム装置、透過型電子顕微鏡、走査型電子顕微鏡、走査プローブ顕微鏡、オージェ電子分光分析装置、電子プローブX線微小分析装置、電子エネルギー欠損分析装置、二次イオン質量分析装置、二次中性粒子イオン化質量分析装置、X線光電子分光分析装置、または、プローブを用いた電気計測装置のうちのいずれかに装填するための試料ホルダを載置するホルダ設置部を有

することを特徴とする試料作製装置。

【請求項7】請求項1、請求項2記載の試料作製装置において、上記第1試料ステージは集束イオンビーム装置、投射イオンビーム装置、透過型電子顕微鏡、走査型電子顕微鏡、走査プローブ顕微鏡、オージェ電子分光分析装置、電子プローブX線微小分析装置、電子エネルギー欠損分析装置、二次イオン質量分析装置、二次中性粒子イオン化質量分析装置、X線光電子分光分析装置、または、プローブを用いた電気計測装置のうちのいずれかに装填できる試料ステージであることを特徴とする試料作製装置。

【請求項8】請求項1、請求項2記載の試料作製装置において、さらに、試料のイオンビームアシスト増速エッチングを可能にするガスを供給するエッチングガス供給源を有していることを特徴とする試料作製装置。

【請求項9】サイドエントリ方式の第1試料ステージに搭載した試料片をイオンビームによって加工し、移送手段によって上記試料片の一部を摘出した摘出試料を一旦保持し、上記第1試料ステージに変えてサイドエントリ方式の第2試料ステージを装填して、摘出した試料を上記移送手段によって上記第2試料ステージ上の試料ホルダに移設し、上記イオンビームによって所望の分析手段、観察手段または計測手段に好適な試料形状に加工を施すことを特徴とする試料作製方法。

【請求項10】請求項9に記載の試料作製方法による試料作製の後、摘出した試料を搭載した第2試料ステージを所望の分析手段、観察手段または計測手段に装填して所望の分析、観察または計測による解析を行なうことを特徴とする試料解析方法。

【請求項11】請求項9に記載の試料作製方法において、上記分析手段、観察手段または計測手段が、特に、集束イオンビーム装置、透過型電子顕微鏡、走査型電子顕微鏡、走査プローブ顕微鏡、オージェ電子分光分析装置、電子プローブX線微小分析装置、電子エネルギー欠損分析装置、二次イオン質量分析装置、二次中性粒子イオン化質量分析装置、X線光電子分光分析装置、または、プローブを用いた電気計測装置のうちのいずれかであることを特徴とする試料解析方法。

【請求項12】請求項9に記載の試料作製方法において、上記イオンビームが集束イオンビームまたは投射イオンビームであることを特徴とする試料解析方法。

【請求項13】請求項9から12のいずれかに記載の試料作製方法において、特に、上記第1試料ステージに複数の試験片を搭載して、上記試験片の各々から一部を摘出して上記試料ホルダに移設することを含むことを特徴とする試料作製方法。

【請求項14】請求項9から12のいずれかに記載の試料作製方法において、特に、上記第1試料ステージに搭載した1個の試験片から複数の部分を摘出して上記第2ステージに設置された上記試料ホルダに移設することを

含むことを特徴とする試料作製方法。

【請求項15】請求項9から12のいずれかに記載の試料作製方法において、特に、上記第1試料ステージに搭載した1個の試験片から複数の部分を摘出して上記第2ステージに設置された上記同一の試料ホルダに移設することを含むことを特徴とする試料作製方法。

【請求項16】観察、分析あるいは計測するための試料作製方法であって、サイドエントリ方式の第1試料ステージに搭載した試料片に対して所望の分析または観察または計測すべき領域を判別する目印を試料に付けるマー킹工程と、イオンビーム照射によって上記目印の周囲に複数の垂直穴を形成する工程と、試料ステージを傾斜させてイオンビーム照射によって上記試料片の表面に対して斜め溝を形成する工程とによって、試料片に支持部で保持されたクサビ形状の片持ち試料を形成する工程と、上記第1試料ステージを水平に戻して、上記片持ち試料の一部に移送手段の一部を接触させ、デポジションガスを供給しつつ上記接触部を含む領域にイオンビーム照射してデポジション膜を形成することで上記片持ち試料と移送手段の一部を固定させる工程と、イオンビーム照射することで上記支持部を切断する工程と、上記第1試料ステージと上記移送手段を相対的に離間させる工程と、上記第1試料ステージを装置から引き抜く工程と、上記第1試料ステージに代わって第2試料ステージを装置に挿入する工程と、上記第2ステージ上に設置された試料ホルダが上記摘出試料のほぼ直下に位置するように移動させる工程と、上記摘出試料を上記移送手段を駆動して上記試料ホルダに接触させ、デポジションガスを供給しつつ上記試料ホルダと上記摘出試料の接触部の一部にイオンビーム照射してデポジション膜を形成することで、上記摘出試料と上記試料ホルダを固定させる工程と、イオンビームを照射することで上記移送手段と上記摘出手段を分離する工程と、上記摘出試料を上記分析装置、観察装置または計測装置のうちの少なくともいずれかに最適なサンプルを作製する工程とを含むことを特徴とする試料作製方法。

#### 【発明の詳細な説明】

##### 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、イオンビームと移送手段を利用して、試料片から分析や観察に必要な部分のみを摘出して、試料ホルダに固定して、分析や観察に好適な形状に加工する試料作製装置および試料作製方法に関する。

##### 【0002】

【従来の技術】半導体の高集積化に伴ない、分析や観察の対象物が走査型電子顕微鏡（以下、SEMと略記）の分解能では観察できないほど極微細なものについても解析の必要性が高まり、SEMに代って観察分解能が高い透過型電子顕微鏡（以下、TEMと略記）が有力な装置となっている。

【0003】従来のTEM用の試料作製方法は、研磨やイオンシニングなどを用いた方法が良く知られているが、所望の観察領域を  $\mu\text{m}$  レベルで限定して試料を作製することは殆ど不可能であるとともに、一試料作製に数日也要していた。

【0004】最近では集束イオンビーム（以下、FIBと略す）加工を利用する例が定着しつつある。これは、まず、ダイシング装置を用いてウェーハ等の試料から観察すべき領域を含む短冊状ペレットを切り出す。このペレットの大きさは、おおよそ  $3 \times 0.1 \times 0.5\text{ mm}$  ( $0.5\text{ mm}$  はウェーハの厚み) である。この短冊状ペレットの一部を薄壁状に FIB 加工して TEM 試料とする。FIB 加工された TEM 観察用の試料 (TEMサンプル) は図2 (a) 20や (b) 20' に示したような形状をしている。TEMサンプルの断面形状は逆T字形状であったり、L字形状の場合もあり種々変形もあるが、基本とするところは短冊状の試験片の一部が TEM 観察用に薄いウォール状に加工してあることにある。試料の上部 21 の幅は  $40\text{ }\mu\text{m}$  程度、下部 22 の幅は約  $100\text{ }\mu\text{m}$  で、TEM 観察部 23、23' の寸法はおおよそ  $10\text{ }\mu\text{m} \times 5\text{ }\mu\text{m}$  で、厚さ約  $0.1\text{ }\mu\text{m}$  程度である。このような試料を TEM 試料として、TEM ホルダを TEM ステージに搭載し、TEM 装置に導入してウォール部 23、23' を観察する。この方法によって、ウェーハやチップから所望の観察部を  $\mu\text{m}$  レベルで位置出しすることが可能になった。

【0005】この手法に関しては、例えば、E.C.G. Kirkらが、論文集 *Microscopy of Semiconducting Materials 1989*, Institute of Physics Series No.100., p.501-506 (公知例1) において説明している。

【0006】最近では、FIB 装置と TEM 装置の両方で兼用できる試料ステージが用いられている。図2 (c) はその試料ステージの概略形状で、サイドエントリ型の試料ステージである。握り部 24 は試料ステージ 7' を装置内への出入れの際に手で持ったり、試料の傾斜調整をするための部分であり、円柱部 25 の先端に図2 (a) や (b) のような試料 20 (または 20') が固定治具 26、26' によって固定されている。この試料ステージ 7' は図3に示すように、FIB 装置 31 内に導入され、試料ステージ微動機構 8' により位置調整される。FIB 加工時にはウォール部 23、23' に平行に FIB を照射し、TEM 観察時にはウォール面に垂直に電子線を照射するため、この試料ステージ 7' は FIB 加工時と TEM 観察時とで  $90^\circ$  軸回転させて用いる。このような試料ステージ 7' により、FIB 装置内で加工した試料を直ちに TEM 装置内に持ち込んで観察することが可能になった。しかし、FIB 加工を利用しても加工時間は一試料に 3 時間から 5 時間也要している。このように、TEM は高分解能観察が期待できるが、試料作製に多大の時間と、神経を尖らして行なわね

ばならない熟練技能的な手作業を要するという面を持ち合わせている。このFIBとTEMの兼用の試料ステージについては特開平6-103947号公報『集束イオンビーム装置』(公知例2)に記載され、この公知例2にはこの試料ステージがTEMの他、SEM、エッティング装置、蒸着装置、レーザー加工機にそのまま装着可能であることが記載されている。

【0007】また、イオンビームを用いてウェーハ内に作製した特定の微小試料をプローブにより摘出する方法として、特許公報第2774884号『試料の分離方法及びこの分離方法で得た分離試料の分析方法』(公知例3)がある。

【0008】さらに、ウェーハから微小試料を摘出する別 の方法として、第58回応用物理学会学術講演会講演予稿集(1997.10月、秋田大学)3p-ZL-8, p.666に、『FIB加工とマイクロマニピュレーション技術を用いたTEM試料作製法』(公知例4)と題して報告している。

【0009】また、ウェーハ内にTEM観察用の薄膜のみを集束イオンビームを用いて作製し、この薄膜のみをガラス製のニードルを用いてTEMメッシュ上に搬送しTEM試料とする方法が、例えばMaterial Research Society Symposium Proceedings, 1997 vol. 480., p19-27(公知例5)に記述されている。

#### 【0010】

【発明が解決しようとする課題】上述のように、分析や観察、計測するのに好適な試料、特にTEM試料作製を作製する場合、以下のような多くの問題を抱えていた。

【0011】公知例1、公知例2に関する問題点は以下の通りである。

【0012】(1) TEM試料を作製するには、イオンシニジングや研磨機、もしくは、ダイシング装置やFIB装置など複数の装置が必要である。

【0013】(2) 試料作りからTEM観察までの作業が煩雑で時間を要するものであった。

【0014】公知例3に関する問題点は以下の通りである。

【0015】(3) 作製されたTEM試料がプローブに保持された状態であるため、TEM装置への導入が難しい。

【0016】公知例4、公知例5に関する問題点は以下の通りである。

【0017】(4) 作製後の試料のTEM用試料ステージへの取付け作業において、作業者の神経を使わせると共に、落下、紛失などの事故発生の可能性を秘めている。また、TEM観察後、別の試料と交換する際にも同じ危険性を秘めている。

【0018】上記問題点に鑑み、本発明の第1の目的は、試料作製から分析や観察、計測までの作業が簡便で、試料作製が一つの装置ででき、作製試料の分析装置

への受け渡しが容易な試料作製装置を提供することであり、また、本発明の第2の目的は、試料作製から分析や観察、計測までの作業が簡便で作製試料の分析装置への受け渡しが容易な試料作製方法を提供することにある。

#### 【0019】

【課題を解決するための手段】上記第1の目的は、

(1) イオンビームの照射光学系と、イオンビームの照射によって発生する二次粒子を検出する二次粒子検出手段と、試料片の一部を分離した摘出試料を試料ホルダに移し変える移送手段と、サイドエントリ型試料ステージを搭載して微動させる試料ステージ微動手段を少なくとも有し、さらに、サイドエントリ型試料ステージが上記試料片を載置する第1試料ステージ、および、摘出試料を載置する試料ホルダを着脱できる第2試料ステージとから構成した試料作製装置によって実現する。本構成により一つの試料作製装置の中で試料作製が可能であり、分析、観察装置への受け渡しが簡便になる。また、

(2) イオンビームの照射光学系と、イオンビームの照射によって発生する二次粒子を検出する二次粒子検出手段と、イオンビームの照射領域にデポジション膜を形成する原料ガスを供給するデポジション用ガス供給源と、試料片の一部を分離した摘出試料を試料ホルダに移し変える移送手段と、サイドエントリ型試料ステージを搭載して微動させる試料ステージ微動手段を少なくとも有し、さらに、サイドエントリ型試料ステージが上記試料片を載置する第1試料ステージ、および、摘出試料を載置する試料ホルダを着脱できる第2試料ステージとから構成した試料作製装置によって実現する。本構成により摘出試料移送や試料ホルダへの固定をデポジション膜で確実に行うことができる。また、(3) イオンビームが集束イオンビームもしくは投射イオンビームのうちの少なくともいずれかであると精度の良い加工または高速な加工が可能となる。また、(4) 第1試料ステージは試料片を載置する試料設置部が上記第1試料ステージ軸に垂直な軸に中心に回転できる回転機構を有する構成にすることで、試料片を試料ステージに載置する場合、所望の断面の向きを気にすることなく載置でき、試料作製装置内で所望の断面を容易に加工できる。また、(5) 第2試料ステージは集束イオンビーム装置、投射イオンビーム装置、透過型電子顕微鏡、走査型電子顕微鏡、走査プローブ顕微鏡、オージェ電子分光分析装置、電子プローブX線微小分析装置、電子エネルギー損失分析装置、二次イオン質量分析装置、二次中性粒子イオン化質量分析装置、X線光電子分光分析装置、または、プローブを用いた電気計測装置のうちのいずれかに装填できる試料ステージとすることで、試料作製後に試料の置き直しをすることなくそのまま分析、観察等が可能であり、試料破損の可能性を減らすことができる。また、(6) 第2試料ステージは集束イオンビーム装置、投射イオンビーム装置、透過型電子顕微鏡、走査型電子顕微鏡、走査プロ

一覧顕微鏡、オージェ電子分光分析装置、電子プローブX線微小分析装置、電子エネルギー欠損分析装置、二次イオン質量分析装置、二次中性粒子イオン化質量分析装置、X線光電子分光分析装置、または、プローブを用いた電気計測装置のうちのいずれかに装填するための試料ホルダを載置するホルダ設置部を有する構成とすることで、作製試料を分析、観察に最適な試料ホルダに設置できる。また、(7) 第1試料ステージは集束イオンビーム装置、投射イオンビーム装置、透過型電子顕微鏡、走査型電子顕微鏡、走査プローブ顕微鏡、オージェ電子分光分析装置、電子プローブX線微小分析装置、電子エネルギー欠損分析装置、二次イオン質量分析装置、二次中性粒子イオン化質量分析装置、X線光電子分光分析装置、または、プローブを用いた電気計測装置のうちのいずれかに装填できる試料ステージとすることで、試料断面分析や観察が容易にできるようになる。さらに、(8) 試料のイオンビームアシスト増速エッティングを可能にするガスを供給するエッティングガス供給源を有する構成とすることで、高速加工が実現でき、試料作製時間を減少できる。

【0020】また、上記第2の目的は、(9) サイドエントリ方式の第1試料ステージに搭載した試料片をイオンビームによって加工し、移送手段によって試料片の一部を摘出した摘出試料を一旦保持し、第1試料ステージに変えてサイドエントリ方式の第2試料ステージを装填して、摘出した試料を移送手段によって第2試料ステージ上の試料ホルダに移設し、イオンビームによって所望の分析手段、観察手段または計測手段に好適な試料形状に加工を施す方法を用いることで実現でき、一つの装置内の試料作製が可能となる。また、(10) 摘出した試料を搭載した第2試料ステージを所望の分析手段、観察手段または計測手段に装填して所望の分析、観察または計測による解析を行なうことで、試料作製後、短時間で分析、観察等が可能になる。また、(11) 分析手段、観察手段または計測手段が、特に、集束イオンビーム装置、透過型電子顕微鏡、走査型電子顕微鏡、走査プローブ顕微鏡、オージェ電子分光分析装置、電子プローブX線微小分析装置、電子エネルギー欠損分析装置、二次イオン質量分析装置、二次中性粒子イオン化質量分析装置、X線光電子分光分析装置、または、プローブを用いた電気計測装置のうちのいずれかであれば様々な試料分析が可能となる。さらに、(12) イオンビームが集束イオンビームまたは投射イオンビームであれば精度の良い加工または高速な加工が可能となる。特に、(13) 第1試料ステージに複数の試験片を搭載して、試験片の各々から一部を摘出して上記試料ホルダ上に移設することで、複数試料の効率よい試料作製が実現でき、また、(14) 第1試料ステージに搭載した1個の試験片から複数の部分を摘出して上記第2ステージに設置された上記試料ホルダに移設することで、一つの試料から集中的

かつ効率的な試料作製が可能となる。特に、(15) 第1試料ステージに搭載した1個の試験片から複数の部分を摘出して上記第2ステージに設置された上記同一の試料ホルダに移設することで、一度、分析または観察装置に第2試料ステージを挿入するだけで、複数摘出試料を効率的に分析、観察できる。また、(16) 観察、分析あるいは計測するための試料作製方法としてサイドエントリ方式の第1試料ステージに搭載した試料片に対して所望の分析または観察または計測すべき領域を判別する目印を試料に付けるマーキング工程と、イオンビーム照射によって上記目印の周囲に複数の垂直穴を形成する工程と、試料ステージを傾斜させてイオンビーム照射によって試料片の表面に対して斜め溝を形成する工程とによって、試料片に支持部で保持されたクサビ形状の片持ち試料を形成する工程と、第1試料ステージを水平に戻して、片持ち試料の一部に移送手段の一部を接触させ、デポジションガスを供給しつつ接触部を含む領域にイオンビーム照射してデポジション膜を形成することで片持ち試料と移送手段の一部を固着させる工程と、イオンビーム照射することで支持部を切断する工程と、第1試料ステージと移送手段を相対的に離間させる工程と、第1試料ステージを装置から引き抜く工程と、第1試料ステージに代わって第2試料ステージを装置に挿入する工程と、第2ステージ上に設置された試料ホルダが摘出試料のほぼ直下に位置するように移動させる工程と、摘出試料を移送手段を駆動して試料ホルダに接触させ、デポジションガスを供給しつつ試料ホルダと摘出試料の接触部の一部にイオンビーム照射してデポジション膜を形成することで、摘出試料と試料ホルダを固着させる工程と、イオンビームを照射することで移送手段と摘出手段を分離する工程と、摘出試料を分析装置、観察装置または計測装置のうちの少なくともいずれかに最適なサンプルを作製する工程とを含むことで1つの試料作製装置内で、分析、解析に簡便な試料が作製できる。

【0021】

【発明の実施の形態】本発明による試料作製装置の実施の形態は、イオンビームの照射光学系と、イオンビームの照射によって発生する二次粒子を検出する二次粒子検出手段と、試料片の一部を分離した摘出試料を試料ホルダに移し変える移送手段とを少なくとも具備し、試料片を載置するサイドエントリ型の第1試料ステージと、摘出試料を載置するサイドエントリ型の第2試料ステージとを搭載する試料ステージ駆動機構を有する具備する構成とする。まず、第1ステージをステージ駆動機構に装着して、載置した試料から目的とする摘出試料を摘出して、移送手段に付着させておき、第1ステージを引き抜いて代りに第2ステージをステージ駆動機構に装着する。第2ステージに設置されている試料ホルダに先に摘出した摘出試料を設置する。このマ摘出試料を目的とする解析装置に適合するような形状に加工を施す。加工終

了後、第2ステージを引き抜き、その目的とする解析装置に装填して摘出試料の所望の領域を解析することができる。以下、具体的な実施例を掲げて説明する。

【0022】<実施形態1>図1は、本発明による試料作製装置の一実施例を示す概略構成図で、ここでは、解析手段の一例として特にTEM観察するためのTEM試料の作製法を例にして説明する。

【0023】試料作製装置1は、試料片2の加工や観察をするイオンビーム3の照射光学系4と、イオンビーム3の照射によって発生する二次粒子を検出する二次粒子検出器5と、上記イオンビーム3の照射領域にデポジション膜を形成する原料ガスを供給するデポジション用ガス供給源6と、サイドエントリ型で試料を載置する試料ステージ7を搭載して微動させる試料ステージ微動機構8と、試料片2の一部を分離した摘出試料を試料ホルダ9に移し変える移送手段10とを少なくとも有した構造であり、さらに、サイドエントリ型の試料ステージ7は試料片2を載置する第1ステージ7A、および、摘出試料を載置する第2ステージ7Bの2形式あり、試料ステージ微動手段8に入れ替わり装着することができる。第2ステージ7Bには摘出試料を固定する試料ホルダ9が着脱でき、この第2ステージ7Bは図4に示されるように試料作製装置1の試料ステージ微動機構8部から取出し、他の解析装置、例えば、透過型電子顕微鏡(TEM)41の試料ステージ導入口42にそのまま装填できる。また、この試料ステージ7Bは他の解析装置、例えば走査型電子顕微鏡(SEM)、二次イオン質量分析装置(SIMS)、オージェ電子分光分析装置(AES)、電気回路計測装置にも装填できる兼用ステージである。試料作製装置1には、さらに、イオンビーム3の照射光学系4を制御するイオンビーム制御部11、二次粒子検出器5への印加電圧の調整などを行なう二次粒子検出器制御部12、デポジション用ガス供給源6の温度調整やバルブの開閉を制御するデポジション用ガス供給源制御手段13、試料ステージ微動機構8を制御するためのステージ制御部14、移送手段10を駆動するための移送手段制御部15、試料片2や移送手段10などを画像表示する画像表示部16などを有し、これら制御部は計算処理部17によりコントロールされる。

【0024】用いる試料片2は半導体ウェーハや電子デバイスを数mm平方程度に分断した小片である。つまり、第1ステージ7Aの試料設置部からはみ出さない程度の寸法とする。

【0025】イオンビームの照射光学系4は、すでによく知られた光学系である、イオンビーム3の形態例として集束イオンビーム(以下、FIBと略記)の場合、液体金属イオン源、ビーム制限アパチャ、集束レンズ、対物レンズを通すことでビーム直径10nm程度から100nm程度のFIBが形成できる。FIBを偏向器を用いて試料上を走査することで、試料表面にμmからサブ

μmレベルの走査形状に対応した加工ができる。ここでの加工とは、スパッタリングによる凹部形成や、FIBアシストデポジションによる膜形成、もしくは、これらを組み合わせて試料の元の形状を変える操作を指す。FIB照射時に発生する二次電子や二次イオンなど二次粒子を二次粒子検出器5で検出して画像化することで試料の加工領域や移送手段などを観察することができる。

【0026】デポジション用ガス供給源6はイオンビーム照射領域にガス成分を堆積させるために、必要に応じてガスを試料に供給するためのもので、先端部はガスが所望の領域に集中的に放出できるようにノズル状になっており、ガスの原材料が固体や粉末の場合、加熱してガス化するための加熱部や、ガス放出を制御するバルブ、ノズル位置の調整部なども有している。形成するデポジション膜は、移送手段10の先端にあるプローブ(針状部材)18と試料片2を接続したり、摘出したミクロンレベルの小さな摘出試料を試料ホルダ9に固定するための接着材代りに用いる。デポジション膜の材質はタンゲステンや銅や白金などの金属材料でよい。

【0027】試料ステージ7はサイドエントリ方式で、装置の試料室19の真空を開放することなく設置できる。また、抜き出したい時も、試料室19の真空を破ることなく引き抜くことができる。サイドエントリ型試料ステージはこれまでにTEMやインレンズ式のSEMに用いられていて、サイドエントリ型ステージ及びその駆動機構の原理は公知であるが、ここで用いる試料ステージ7は本発明に係わるキーポイントであるためここで詳述する。本試料作製装置1で用いる試料ステージ7は、解析すべき領域を含む小片の試料片2を搭載する第1ステージ7Aと、摘出試料を解析装置に適した形状のマイクロサンプルに加工するために設置する第2ステージ7Bとを用いる。第1ステージ7A、第2ステージ7Bとも試料ステージ微動機構8に搭載できる形状であり、いずれの試料ステージを搭載しても、イオンビームによる視野内に試料もしくは試料ホルダが現われる寸法形状である。第2試料ステージ7Bは解析装置にも装填可能で、上述したFIBとTEMに兼用の試料ステージ7(図3)であってもよい。このような形状であるため、試料作製装置1内で加工した観察試料を搭載した試料ステージ7を試料ステージ微動機構8から抜き挿しするだけで、直ちにTEM観察することができるこも大きな特徴である。つまり、試料片から摘出した微小な摘出試料を別の特殊な試料加工装置や緊張と熟練を要する手作業を施すことなく、分析や観察に適した試料形状に加工して、試料ステージを抜き挿しするだけで、直ちに分析や観察作業に移ることができる。

【0028】図5(a)は第1ステージ7Aの斜視図である。第1ステージ7Aは、円柱部51と、試料ステージ7Aを持ったり操作するための握り部52と、ウェーハやチップから切断した試料片2を搭載するための試料

設置部53と、最先端には第1ステージ7Aの荷重を支えたり、振動を軽減したり、回転軸のブレを防ぐための小突起54などで構成されている。また、握り部5.2には、試料設置部53がイオン光学軸に平行な軸中心に回転運動させるための面内回転調整部55を有している。試料設置部53に回転機構を設けて試料片2を面内回転できるようにしたことで、試料片2を面内回転でき、試料片2の所望の観察面（分析面または計測面）を試料ステージの軸に平行に設定することができ、摘出試料を第2ステージ7Bに移設する場合、移送手段に回転等の複雑な動きをさせる必要がなくなる。なお、第1ステージ7Aの軸に垂直な方向、つまり、イオンビーム軸に平行と垂直な方向の動き、および軸回転は試料ステージ微動機構8によって制御できる。このような機構、構成によって、試料設置面53に設置した試料片2を所望の方向に回転補正したり、位置移動することで、所望の微細部分をFIBによって観察し、加工することができる。

【0029】第2ステージ7Bは摘出試料を解析装置に適するように加工するためのステージである。図2

(b)は第2ステージ7Bの斜視図である。ここでは解析装置はTEMに相当し、試料作製装置1とTEMとの兼用の試料ステージである。第2ステージ7Bの先端近くの拡大図が図2(c)であり、摘出試料を直接固定する試料ホルダ9を固定治具56、56'によって固定する。ここで用いる試料ホルダは図2(d)に示される矩型薄片9aで、寸法は例えば縦1mm、横5mm、厚さ30μmである。摘出試料2aは矩型薄片9aの上面に固定する。試料ホルダ9の形状や寸法はここに示したものに限らないが、基本とする処は試料固定面を極力平滑とし、幅をなるべく薄くしたことと、TEM観察時に電子線の通路を阻害しないようにしたことにあり、このような思想が開示された以上、多々の改変は容易である。

【0030】次に、試料ステージ微動機構8は、ステージ制御装置11によって試料ステージ軸を水平に保持したままイオンビーム軸方向およびその垂直方向に微動させることができる。軸回転方向の微動制御もできるため、摘出試料にFIBによって矩型凹部を形成した後、30°前後回転させて矩型凹部の側面、つまり試料の断面を観察することができる。図3は本実施例で用いた移送手段10の詳細構造を示している。移送手段10は粗動部60と微動部61の2つの部分から構成されている。先端は摘出試料に直接触れる尖鋭化されたプローブ18が付けられている。粗動部60は狭窄部62を支点として支柱63が3個のエンコーダ64X、64Z、64Y(図示せず)によってXYZ軸方向に移動できる。粗動ストロークや移動分解能はエンコーダの性能と、狭窄部62からエンコーダとプローブ18の先端までの距離の比によるが、本実施例では5mmのストローク、2μmの分解能を有している。エンコーダによる力に抗する力は

バネ65a、65bを用いている。粗動部60の駆動系は試料室19のポートを介して大気側にあり、真空はガスケットなど真空シール66、ペローズ67によって遮断されている。

【0031】微動部61はZ軸のみでバイモルフ圧電素子68を用いている。バイモルフ圧電素子68は他の圧電素子に比べて比較的大きなストローク(数100μm以上)を持つ利点を有する。このため、粗動部60には高い位置精度を要求する必要はなく。本実施例で用いた粗動部60は駆動時には数μmの振動をともなうが、静止時の振動はほとんど無視できるため、微動部61を用いて試料片に最接近させ、接触する方法をとった。この時、先端のプローブ18の先端の位置制御はμmオーダの分解能があればよいので、圧電素子のなかでは比較的分解能が悪いバイモルフ圧電素子でも十分対応でき、安価に作製できる。

【0032】バイモルフ圧電素子68の先端には、直径50μmの細いタンゲステン線で先端半径0.5μm程度にまで針状に加工したプローブ18を連結し、粗動部60とは支柱63によって連結した。バイモルフ圧電素子68に電圧を与えることで、プローブ18の先端はおおよそZ方向に微動する。符号69は圧電素子に電圧を与えるための電圧導入端子である。公知例2によれば分離試料を搬送する搬送手段はバイモルフ圧電素子3個をXYZ軸に対応して構成している。バイモルフ圧電素子は一端を支点にして他端がたわむ動きをするため、他端は印加電圧に従って円弧を描く。このバイモルフ圧電素子を3軸に組んで構成すると複雑な動きをする。例えば、XY平面内の移動では1個のバイモルフ圧電素子の動作のみでは搬送手段先端のプローブが1軸方向に直線的に動作しないため、所望の位置にプローブを移動させることが非常に難しい。従って、3個のバイモルフ圧電素子で微動部を構成すると、プローブ先端を所望の位置に移動させるためには3個のバイモルフ圧電素子を複雑に制御しなければならない。これに対して、本実施例では3軸を直交して動く粗動機構を設け、微動部の1軸のみにバイモルフ圧電素子を用いることで、プローブの位置出しの複雑性は軽減される。

【0033】また、本発明では、移送手段10は試料ステージ7と独立して、お互いの動作を干渉しないようにしている。さらには、サイズの大きくなりがちな粗動部60は試料基板から極力離間させて設置して、微動部61はZ軸のみの微動機構で構成して、二次粒子検出器5やデポジション用ガス供給源6など周辺の他の構造物との干渉を避けている。このように移送手段10には、構成、サイズ、設置位置を充分に考慮しなければならないが、本発明による試料作製装置ではこれらすべてを解決している。

【0034】上述のように、本実施形態例の構成の試料作製装置によって、数mm平方程度に分断した試料片から

任意箇所の微小試料を装置内で摘出し、解析装置に適応した試料ホルダに固定でき、所望の解析にふさわしい試料に加工することが容易に実現し、分析や観察、計測に至るまでに熟練や時間を要する試料作製に関する従来の手作業は、最初に試料片を試料設置面に載置することを除けば一切なく、操作者が直接試料を触れたり、メッシュの張り替えなど細かで神経を尖らせるような作業をすることなく、試料ホルダの装着交換のみによって実現する。このように本発明の試料作製装置によって、大幅な時間短縮と試料作製時の精神的圧迫から開放される効果を持つ。

【0035】さらに、TEM試料については、作製した試料のTEM観察の結果、ウォール部が厚いなど、所望形状になっていない場合には、試料ステージをTEMから引き抜き、再度そのまま試料作製装置に挿入するだけで、直ちにFIBによる追加工ができる簡便さを有するため観察効率は非常に高くなる。

【0036】ここではイオンビームの形態としてFIBで説明したが、所望形状の開口を有するステンシルマスクを用いた投射イオンビームを用いて定形の加工を行うことも可能である。また、検出する信号は二次電子だけに限定することなく、二次イオンであってもよい。

【0037】<実施形態例2>本実施形態例2では本発明による試料作製装置を用いた試料作製方法について図7、図8を用いて説明する。

【0038】試料片からその一部の微小試料を摘出するためには、微小試料を基板から分離することが必須である。公知例2の方法では、切断面が5面もあり加工時間がかかる。また、底面を分離加工すると、摘出した試料の底面にはイオンビーム入射角と加工アスペクト比からなる傾斜が付く。試料片の表面に対しほぼ垂直な断面やウォールを形成するためには、底面の傾斜を小さくして試料ホルダ上面に試料片を垂直に立てることが必須で、そのためには試料傾斜を極力大きくしなければならない。従って、本発明が目指すような加工時間が短く、摘出した試料を別の部材である試料ホルダに移設する際、試料ステージを大きく傾斜させるなどの操作が極力少ない試料作製方法が望ましい。

【0039】以下に、本発明による試料作製方法の具体的手順を説明する。ここでは、試料の例としてTEM観察用の試料の作製方法について、観察すべき領域のマーキングから最終的なウォール加工まで、すべて同一装置内で行なう方法を説明する。試料片2は、解析すべき領域を含む小片試料の搭載専用の第1ステージに搭載されていて、おおよそ5mm×5mmの半導体素子である。以下では、この試料片の特定領域についての断面をTEM観察するためのTEM試料を作製する工程を図と対応させて説明する。

【0040】図7(a)：まず、第1ステージに搭載した試料片2のうち所望の領域がFIB照射領域に入るよ

うに試料ステージ微動機構8で調整する。試料片2上にTEM観察面70を特定するためのマーク71a、71bをFIB3aによって付ける。2個のマーク71a、71bの間がTEM観察面70で、両者の間隔はおおよそ10μmある。また、本実施例では+（プラス）マークであるが、これに限定されるものではない。上記2個のマークを結ぶ直線が試料ステージの傾斜軸と平行になるように、試料ステージ7Aに内蔵された回転機構によって調整しておく。この調整によって、摘出した試料を試料ホルダに設置する際、移送手段に複雑な動きを強いることがなくなる。この時、保護膜としてTEM観察面70を覆うようにデポジション膜を形成しておく。

【0041】図7(b)：上記2個のマーク71a、71bの両側にFIB3aによって2個の矩形穴72a、72bを形成した。

【0042】矩形穴の開口寸法は例えば10×7μm、深さ1.5μm程度で、両矩形穴の間隔を30μmとした。いずれも、短時間に完了させるためにFIB3a直径0.15μm程度で電流約10nAの大電流FIB3aで加工した。加工時間はおよそ7分であった。

【0043】次に、マーク71a、71bを結ぶ直線より約2μm離れて、かつ、一方の矩形穴72bと交わって、他方の矩形穴72aには交わらないように幅約2μm、長さ約30μm、深さ約10μmの細溝73を形成する。ビームの走査方向は、FIB3aが試料片2を照射した時に発生するスパッタ粒子で細溝73や矩形穴72a、72bが埋まらないようにする。矩形穴72aと交わらない小さな領域は、後に摘出すべき試料を支える支持部74となる。

【0044】図7(c)：次に、第1ステージ7Aを軸回転させることで試料面を傾斜させる。本実施例では20°とした。ここで、上記2個のマーク71a、71bを結ぶ直線は試料ステージの傾斜軸に平行に設定しているため、細溝73が下がる方向に傾斜させる。そこで、マーク71a、71bを結ぶ直線より約2μm離れて、矩形穴72a、72bを結ぶように、幅約2μm、長さ約32μm、深さ約1.5μmの斜溝75を試料片2表面に対して斜めから入射したFIB3aによって形成する。FIB3a照射によるスパッタ粒子が形成した矩形穴72a、72bを埋めることがないように走査する。斜溝75は、先に形成した細溝73と交わる。マーク71a、71bを含み、頂角が20°の直角三角形断面のクサビ型の摘出すべき試料76が、支持部74のみで保持されている状態になる。

【0045】図7(d)：次に、試料ステージ7Aを水平に戻し、摘出すべき試料76の上面で支持部74とは反対の端部に移送手段先端のプローブ18を接触させる。接触は試料とプローブとの導通や両者間の電気容量の変化によって感知できる。本実施例では両者間の導通によって検知した。また、不注意なプローブ18の押し

付けによって、摘出すべき試料76やプローブ18の破損を避けるために、プローブ18が試料に接触した時点でZ方向駆動を停止させる機能を有している。

【0046】図7(e)：次に、摘出すべき試料76にプローブ18を固定するために、プローブ18先端を含む約2μm平方の領域にデポジション膜77を形成する。これによりプローブ18と摘出すべき試料76とは接続される。次に、摘出すべき試料76を試料片2から摘出するために、支持部74をFIB3a照射によりスパッタ除去することで、支持状態から開放される。支持部74は試料面上から見て2μm平方、深さ約10μmであるため2~3分のFIB3a走査で除去できる。上記の矩形穴72a、72bや細溝73、斜溝75を形成する工程は、観察面に大きく影響しないため、大電流のFIB3aで多少加工位置ズレを起こしても早く加工することが賢明である。

【0047】図7(f)：試料片2から完全に分離した摘出試料2aをプローブ18を上昇(+Z方向の移動)させ、試料ステージから遠避けて保持する。

【0048】ここで第1ステージ7Aと第2ステージ7Bを入れ替える。第2ステージ7Bの装着によりSIM像視野内に試料ホルダ9の中央付近が入る。

【0049】図8(a)：摘出試料2aを試料ホルダ9に接触させるために、プローブ18を降下(-Z方向に移動)させ、試料ホルダ9に接近させる。摘出試料2aと試料ホルダ9との接触は導通によって検知することができる。

【0050】図8(b)：摘出試料2aが試料ホルダ9に接触したことを確認して、摘出試料2aと試料ホルダ9と接触部にデポジション膜80を形成し摘出試料2aを試料ホルダ9に固定する。デポジション膜80の大きさは3μm平方程度で、デポジション膜80の一部は試料ホルダ9に、一部は摘出試料2a側面に付着し、両者が固定される。

【0051】また、試料のTEM観察領域が試料ステージ7Bの回転中心軸上に配置されることが望まれるが、固定する摘出試料2aが数μmから20μm程度の小ささであるため、実質的には、試料ホルダ9の上面が試料ステージの軸上に来るよう配置しておけば、TEM視野内にTEM観察領域を出すことが容易にできる。

【0052】図8(c)：次に、デポ用のガスを導入を停止した後、プローブ18と摘出試料2aを接続しているデポジション膜77にFIB3aを照射してスパッタ除去することで、プローブ18を摘出試料2aから分離できる。この操作によって摘出試料2aは試料ホルダ9に自立する。

【0053】図8(d)：最後に、TEMによる観察部にFIB3a照射して、最終的に観察領域の厚さを100nm以下程度のウォール81になるように薄く仕上げ加工を施す。この時、摘出試料2aの長手方向の側面の

一方が垂直面であるため、ウォール加工のためにFIB3a照射領域を決定する際、この垂直面を基準にすることで、試料基板表面にほぼ垂直なウォール81形成することができる。このウォール加工の結果、横幅約15μm、深さ約10μm、幅0.1μm以下のウォール81が形成でき、TEM観察領域ができる。以上、マーキングからウォール加工完成までの加工時間は約1時間で、従来のTEM試料作製方法に比べて数分の1に時間短縮できた。

【0054】最後に、ウォール加工後、第2ステージ7Bを試料作製装置1から引き抜き、TEMの試料室に装着する。この時、電子線経路と、ウォール面が垂直になるように第2ステージ7Bを90°回転させて挿入する。その後のTEM観察技術についてはよく知られているので、ここでは省略する。第2ステージ7BがFIBとTEM兼用のサイドエントリー型であるため、ウォール加工後、直ちに試料ステージを引き抜いてTEMに導入でき、また、観察試料に追加工が必要な場合、直ちに試料作製装置1に戻して加工ができるという効果がある。

【0055】上記の試料作製方法は、TEM試料に限らず、他の分析や観察手法、例えば、オージェ電子分光分析、電子プローブX線微小分析、電子エネルギー損失分析、二次イオン質量分析、二次中性粒子イオン化質量分析、X線光電子分光分析、透過型電子顕微鏡、走査型電子顕微鏡、走査プローブ顕微鏡、計測手段がプローブを用いた電気計測のための試料作製にも用いることが可能である。

【0056】なお、本発明による試料作製方法と公知例3による試料の分離方法と大きく異なる点は、(1)試料の摘出(分離)に際してのビーム照射方法が全く異なり、本発明では、摘出試料をなるべく薄くして、底面の分離を簡便にするために長手方向(TEM観察面に平行方向)の側面を傾斜加工すること、(2)摘出試料は移送手段とは別の部材である試料ホルダに移設すること、(3)試料ステージの形態がサイドエントリー型で摘出すべき元の試料を設置するステージと、解析装置に導入するステージを別にして、試料作製時には2つのステージを抜き差しする方式であるため、試料作製から観察など後に続く材料解析までの時間が大幅に削減されることにある。

【0057】また、上記実施例では観察(解析)すべき試料を試料片2からプローブ18にデポジション膜77によって接着して摘出し、試料ホルダ9に固定したが、本願の基本的装置構成では、以下の方法についても適用可能である。

【0058】つまり、観察(解析)すべき最終形態の試料(例えばTEMの観察用薄膜のみ)を第1ステージ7A上の試料片2上で作製しておき、プローブ18との静電気力によって上記最終形態の試料を吸着させ、摘出す。次に第1ステージを引き抜き、第2ステージを挿入

する。ここで第2ステージ7B'は図9に示されるとおり固定治具91と押さえね92を有し、カーボン等電子の透過しやすい薄膜をコーティングした従来のTEM試料保持用メッシュ（例えは金網状）90が設置可能である。このメッシュ90上にプローブ18により摘出した上述の最終形態の試料を載置する。最終形態の試料とメッシュ90はやはり静電気力により吸着する。その後、第2ステージ7B'を試料作製装置1から引き抜き、そのままTEMに挿入するだけでTEM観察することができる。もちろんTEM以外の解析装置にさし込むことでその他解析も可能である。

【0059】このように、本試料作製方法を用いることで、デバイスチップや半導体ウェーハの所望の箇所をマークしたその場で、熟練と緊張を要する手作業をすることなく、同一装置内でTEM観察用や他の分析や計測、観察のための試料を作製することができる。

【0060】<実施形態例3>本実施例は、第2ステージをTEM以外の解析装置に搭載する例である。実施形態例1においては第2ステージ2BはTEM装置と試料作製装置の兼用のステージとしたが、解析装置としてTEMに限定されることはなく、インレンズ式のSEM（走査型電子顕微鏡）や、インレンズ式のSIMS（二次イオン質量分析装置）、AES（オージェ電子分光分析装置）、回路特性測定装置でもよく、勿論、TEMやSEMにEDX（電子X線回折分光分析装置）機能を付加して、元素分析に用いる試料ステージであってもよい。

【0061】特に、ここでは摘出試料の4断面をSEMで観察する例を示す。第1ステージ2Aに載置した試料から所望の観察面を含む領域を摘出する。摘出する手段は実施形態例1（図1）に示したとおり、摘出する方法は実施形態2（図7（a）～（f）、図8（a）～（c））に示した通りである。摘出した摘出試料2aがプローブ18先端に付着していることを確認した後、プローブ18を一旦、第1ステージ7Aから遠ざけて接触などの不意の危険を防止する。次に、第1ステージ7Aを引き抜くと共に、SEMにも設置できる第2ステージ7Bを差し込み、所定の位置で静止させる。先に待避させたプローブ18を第2ステージ7Bに搭載した試料ホルダ9に接近させ、注意深く試料ホルダ9に接触させ、固定させる。固定方法も実施形態2（図8（b）、図8（c））に示した。次に固定した摘出試料2aに対して所望の観察面が残るように周辺をイオンビームによって削除する。ここでは、半導体装置のうちプラグの4断面をSEMで観察することが目的であるため所望の4断面が残るように図10のような突起形状100にイオンビームによって加工を施す。加工後は試料作製装置1から第2ステージ7Bを引き抜き、加工後の摘出試料2a'を付けたまま第2ステージ7BをSEMに導入する。以上の工程で、突起形状100の4断面をSEMで観察することができる。

【0062】また、第2ステージ7Bは、集束イオンビーム装置、透過型電子顕微鏡、走査型電子顕微鏡、走査プローブ顕微鏡、オージェ電子分光分析装置、電子プローブX線微小分析装置、電子エネルギー欠損分析装置、二次イオン質量分析装置、二次中性粒子イオン化質量分析装置、X線光電子分光分析装置、または、プローブを用いた電気計測装置の試料ステージと兼用であるため、TEM試料作製に先立って上記顕微鏡や各種分析装置による元素分析や観察を行なうことが、試料ステージの抜き差しのみでできる利点を有している。

【0063】<実施形態例4>本実施例は、第1ステージを解析装置に搭載する例である。特に、ここでは試料断面をSEMで観察する例を示す。即ち第1ステージ7Aは試料作製装置1とSEMの兼用ステージである。図11（a）は第1ステージ7Aの先端部の拡大図であり、試料設置部53に観察する試料片2を載置した状態で試料作製装置1に導入した状態を示している。FIG 3aにより試料片2'を加工し、試料片2'の拡大図である図11（b）に示すとおり所望の観察断面110を形成する。加工後にこの第1ステージ7Aを試料作製装置1から取り出し、そのままSEMに導入する。図11（c）はSEMに導入した第1ステージ7Aの先端部の拡大図であり、図11（d）の試料片2'拡大図に示されるようにSEMの観察用電子ビーム112が所望の観察断面110に照射されるように第1ステージ7Aを傾斜させることで断面観察を行うことができる。この第1ステージ7Aは試料設置部53に回転機構を持つため、例えば図11（b）断面111を観察したい場合にもSEM内で断面111が第1ステージ7A傾斜軸と平行になるように回転調整し、第1ステージ7Aを傾斜させて断面111に電子ビーム112が照射されるようになることで容易にSEM観察できる。ここで、もし追加工が必要な場合は、このまま第1ステージ7Aを試料加工装置1に戻して再加工して、再度SEMに戻すことで容易に観察を行うことができる。

【0064】このように第1ステージ7Aを試料加工装置とSEMの兼用ステージとして、従来のような断面加工後のSEM専用ステージへの試料の置き直し等の手間が無く、容易に観察できるようになる。また、この第1ステージは実施形態3で説明したような他の解析装置にも導入できる形態にすることで、上記のSEMと同じく高効率で観察を行うことができる。

【0065】

【発明の効果】本発明による試料作製装置または試料作製方法によって、サイドエントリ式ステージに載置された試料片から必要部分を摘出し、各種解析装置に適合する試料ステージに搭載することが一台の装置ででき、しかも、初期の試料片を第1ステージに載置することを除いて、人手で直接試料を触れることがないので、試料を破損させる心配がないという効果を有する。

## 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明による試料作製装置を説明するための概略構成図である。

【図2】従来のTEM試料作製法を説明するための図であり、特に、(a)は逆T字型試料、(b)はL字型試料、(c)はFIB-TEM兼用ステージの外観図である。

【図3】従来のFIB-TEM兼用ステージをFIBへの導入状態を説明するための図である。

【図4】本発明による試料作製装置とTEMの間の試料ステージの受け渡しを説明するための概念図である。

【図5】本発明の試料作製装置に用いた試料ステージの一例を説明するための図であり、特に、(a)は第1ステージ、(b)は第2ステージ、(c)は第2ステージ先端拡大図、(d)は第2ステージに載置する試料ホルダを説明するためである。

【図6】本発明の試料作製装置に用いた移送手段の一例を説明するための断面図である。

【図7】本発明の試料作製方法の一連の手順のうち第1ステージを用いる工程を説明するための図である。

【図8】本発明の試料作製方法の一連の手順のうち第2ステージを用いる工程を説明するための図である。

【図9】本発明の試料作製装置に用いた第2ステージの先端拡大図の一例であり、特にメッシュを固定可能な第2ステージを説明するための図である。

【図10】本発明の試料作製装置に用いた第2ステージによるSEM断面観察のための試料作製法の一例を説明するための図である。

【図11】本発明の試料作製装置に用いた第1ステージによるSEM断面観察のための試料作製法の一例を説明

するための図であり、特に、(a)は試料加工装置導入時の第1ステージ先端部の外観、(b)は断面加工状態、(c)はSEM導入時の第1ステージ先端部の外観、(d)は断面観察状態を示す図である。

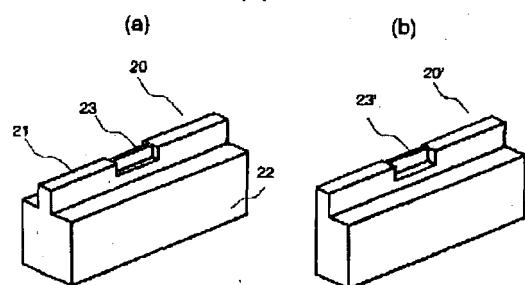
【図12】本発明による試料作製装置を説明するための概略構成図であり、特に使用していない試料ステージの保管室を有する装置構成を示す図である。

## 【符号の説明】

1…試料作製装置、2…試料片、2a…摘出試料、3…イオンビーム、3a…FIB、4…照射光学系、5…二次粒子検出器、6…デポジション用ガス供給源、7…試料ステージ、7A…第1ステージ、7B…第2ステージ、8…試料ステージ微動機構、9…試料ホルダ、9a…矩型薄片、10…移送手段、11…イオンビーム制御部、12…二次粒子検出器制御部、13…デポジション用ガス供給源制御手段、14…ステージ制御部、15…移送手段制御部、16…画像表示部、17…計算処理部、18…プローブ(針状部材)、19…試料室、41…TEM、42…試料ステージ導入口、51…円柱部、52…握り部、53…試料設置部、55…面内回転調整部、56…固定治具、60…粗動部、61…微動部、62…狭窄部、63…支柱、64X、64Y、64Z…エンコーダ、65a、65b…バネ、68…バイモルフ圧電素子、70…TEM観察面、71a、71b…マーク、72a、72b…矩形穴、73…細溝、74…支持部、75…斜溝、76…摘出すべき試料、77、80…デポジション膜、81…ウォール、90…メッシュ、91…固定治具、92…押さえね、100…突起形状、110…観察断面、111…断面、112…電子ビーム。

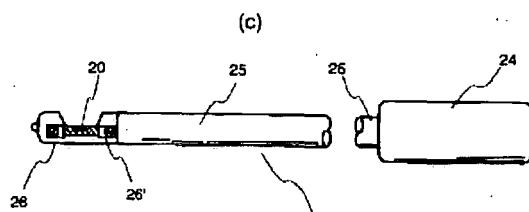
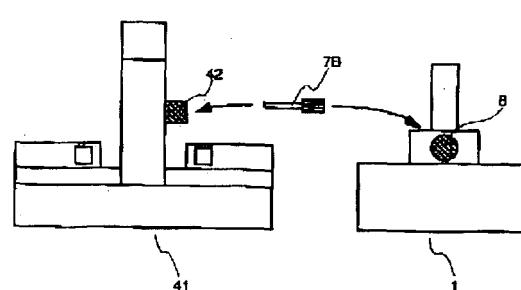
【図2】

図2



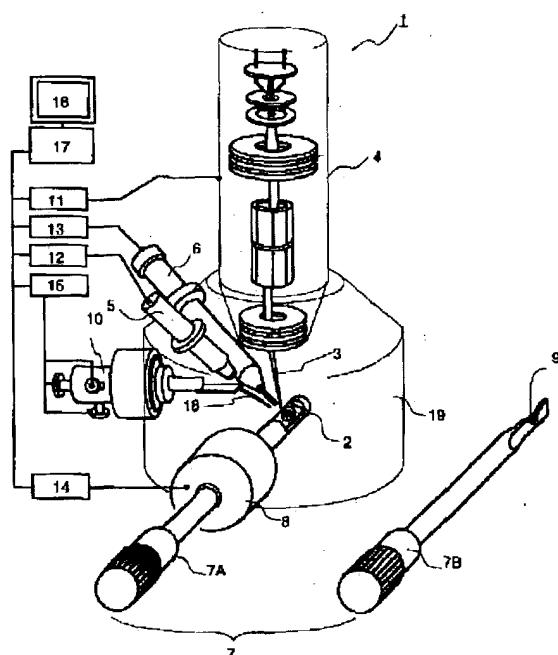
【図4】

図4



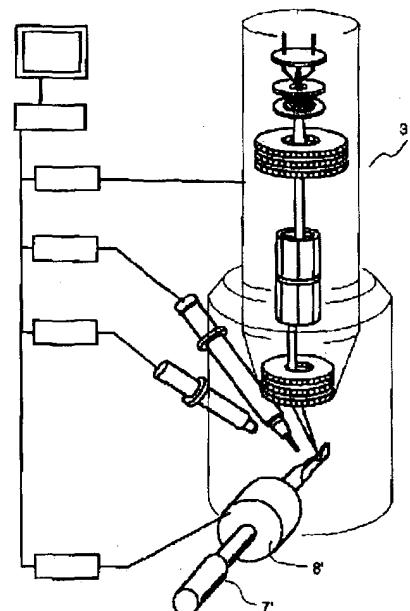
【図1】

図1



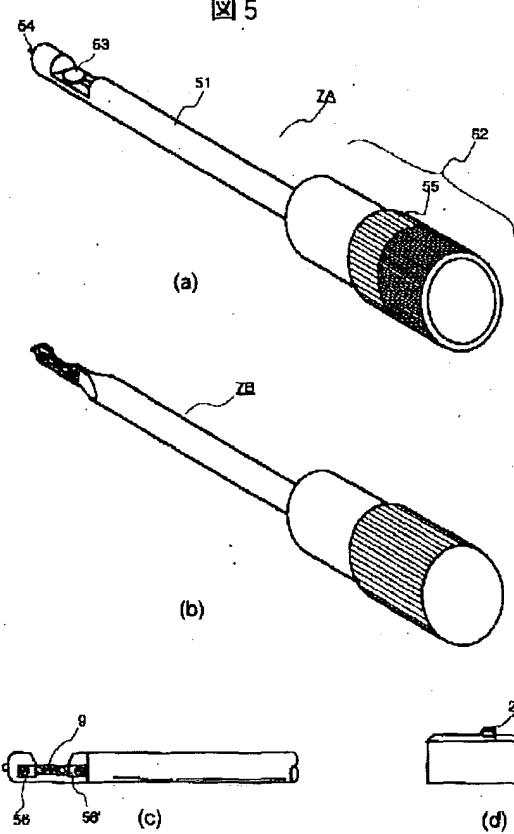
【図3】

図3



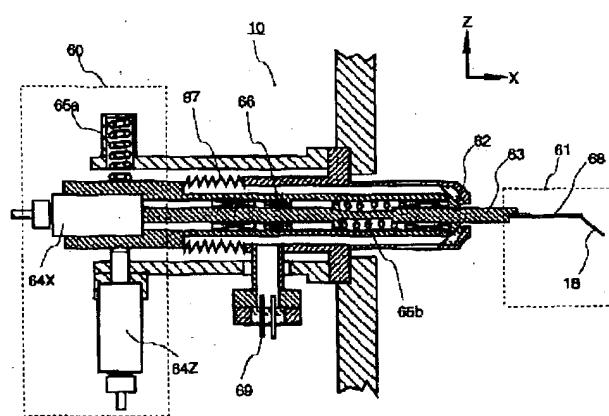
【図5】

図5



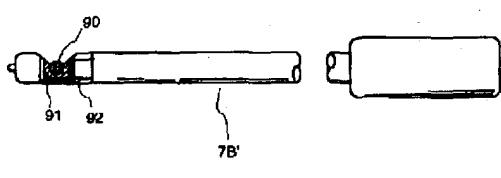
【図6】

図6



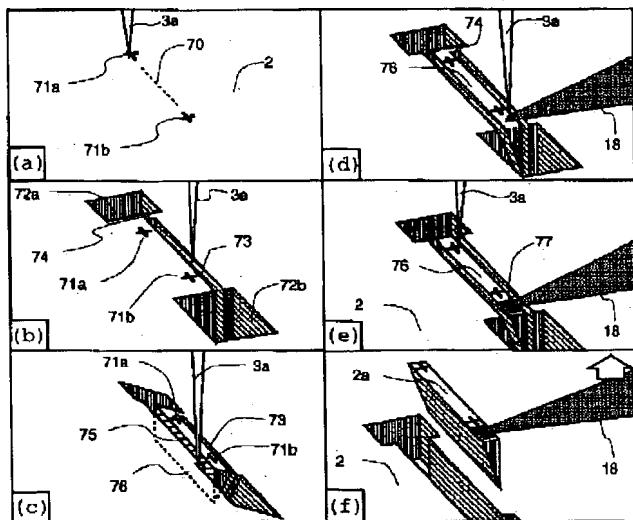
【図9】

図9



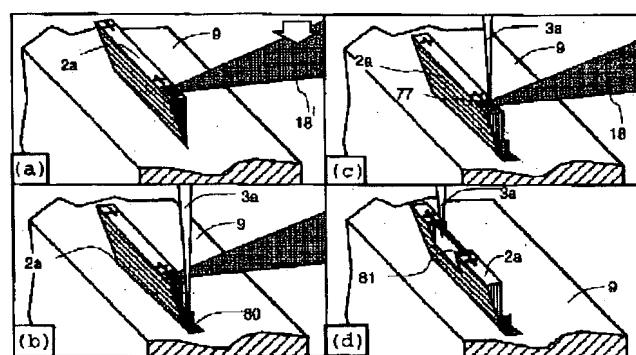
【図7】

図7



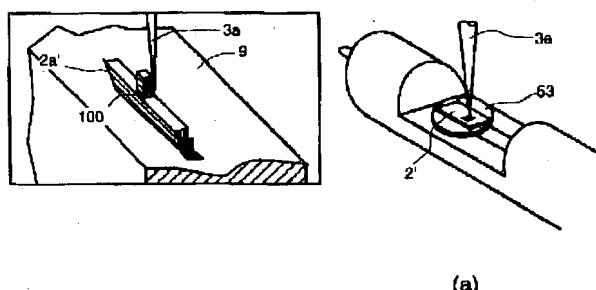
【図8】

図8



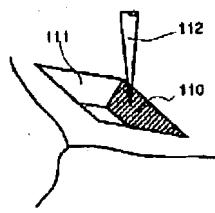
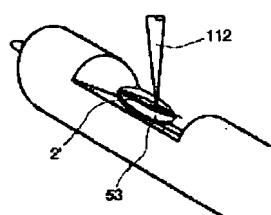
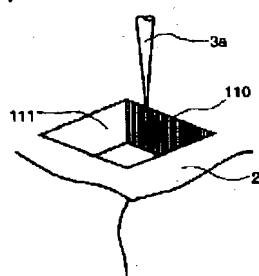
【図10】

図10



【図11】

図11

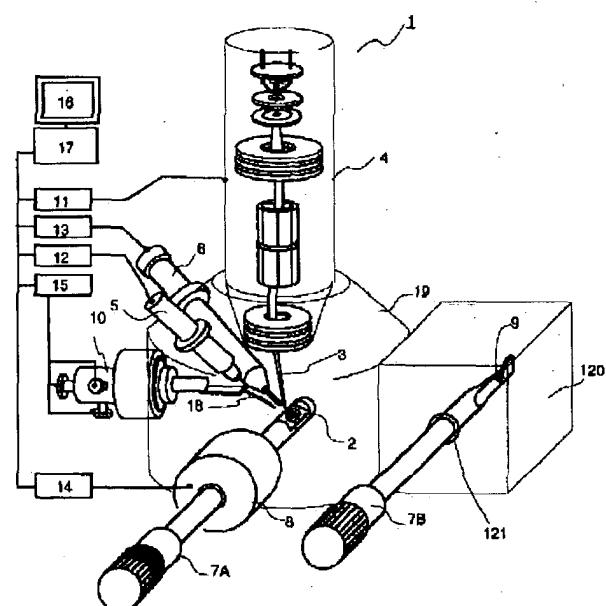


(c)

(d)

【図12】

図12



フロントページの続き

(72)発明者 富松 聰

東京都国分寺市東恋ヶ窪一丁目280番地

株式会社日立製作所中央研究所内

F ターム(参考) 5C001 AA02 AA05 AA08 BB07 CC03

CC04 CC05 CC08

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載  
 【部門区分】第6部門第1区分  
 【発行日】平成15年2月26日(2003.2.26)

【公開番号】特開2000-162102(P2000-162102A)

【公開日】平成12年6月16日(2000.6.16)

【年通号数】公開特許公報12-1622

【出願番号】特願平10-333681

【国際特許分類第7版】

G01N 1/28

H01J 37/20

37/31

【F1】

G01N 1/28 F

H01J 37/20 A

37/31

【手続補正書】

【提出日】平成14年11月26日(2002.11.26)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】特許請求の範囲

【補正方法】変更

【補正内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】電子イオンビームを生成する照射光学系と、電子イオンビームの照射によって発生する二次粒子を検出する二次粒子検出手段と、前記電子イオンビームの照射領域にデポジションガスを供給するガス供給源と、試料を載置する試料ホルダを備えたサイドエントリ型の試料ステージと、該試料ステージを微動させる微動手段と、前記試料から摘出した試料片を試料ホルダに移す移送手段とを有し、更に、前記サイドエントリ型試料ステージとして、前記試料を載置する第1試料ステージと、前記摘出試料を載置する第2試料ステージとを備えたことを特徴とするFIB試料加工装置。

【請求項2】請求項1に記載のFIB試料加工装置において、前記サイドエントリ型ステージは集束イオンビーム装置、投射イオンビーム装置、透過型電子顕微鏡、走査型電子顕微鏡、操作プローブ顕微鏡、オージェ電子分光分析装置、電子プローブX線微少分析装置、電子エネルギー損失分析装置、二次イオン質量分析装置、二次中性粒子イオン化質量分析装置、X線電子分光分析装置またはプローブを用いた電気計測装置のいずれか一種に装

填可能な試料ステージであることを特徴とするFIB試料加工装置。

【請求項3】請求項1に記載のFIB試料加工装置において、前記照射光学系によって生成される電子ビームは、集束イオンビームまたは投射イオンビームであることを特徴とするFIB試料加工装置。

【請求項4】サイドエントリ型のFIB試料加工装置を用いた試料加工方法において、サイドエントリ型の第1の試料ステージに載置した試料を電子イオンビームによって加工することにより摘出試料を作成する工程と、該摘出試料を前記第1の試料ステージから移動し保持する工程と、前記第1の試料ステージに変えて第2の試料ステージを挿入する工程と、該第2の試料ステージに前記摘出試料を移送する工程とを含むことを特徴とする試料加工方法。

【請求項5】請求項4に記載の試料加工方法において、前記第2の試料ステージに前記摘出試料を移送する工程後、電子イオンビームにより前記摘出試料を加工する工程を含むことを特徴とする試料加工方法。

【請求項6】請求項4に記載の試料加工方法において、前記試料の所望領域を電子イオンビームによってマーキングする工程を含むことを特徴とする試料加工方法。

【請求項7】請求項6に記載の試料加工方法において、前記マーキングを行なった領域周辺を電子イオンビームにより切断し、前記摘出試料を形成することを特徴とする試料の作成方法。